

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-048780

(43)Date of publication of application : 22.02.1994

(51)Int.Cl.

C03C 25/02
// G02B 6/44

(21)Application number : 04-048298

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 05.03.1992

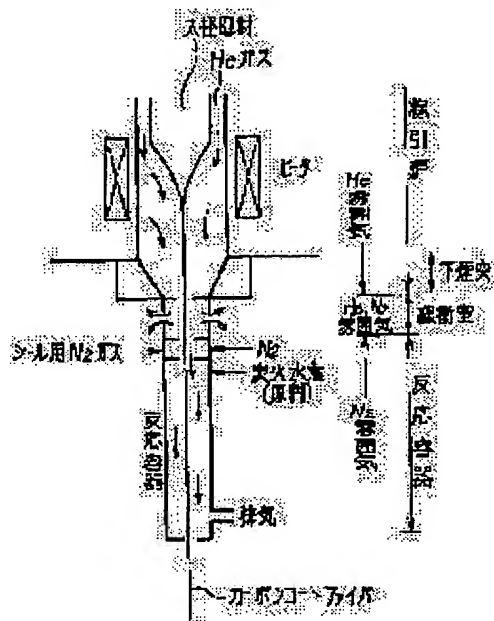
(72)Inventor : NAGAYAMA KATSUYA
ADACHI TORU
AIKAWA HARUHIKO
DANZUKA TOSHIO

(54) PRODUCTION OF HERMETICALLY COATED FIBER AND APPARATUS THEREFOR

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method for producing hermetically coated fiber in which the productivity can be improved and cost can be reduced and an apparatus therefor.

CONSTITUTION: This method for hermetically coating fiber is to form a large-diameter glass preform into fiber in a wire drawing furnace having at least the furnace outlet of a helium atmosphere, regulating the distance from a neckdown part of the preform to the inlet of a reactional tube for hermetic coating to [distance (m)/wire drawing speed (m/sec)] < 0.08, discharging the helium-containing atmosphere from a position between the lower part of the wire drawing furnace and the inlet of the reactional tube to the outside and hermetically coating the fiber. Furthermore, an apparatus producing thereof is provided. A buffer chamber is preferably installed for discharging the helium-containing atmosphere. The fluctuation in the outside diameter can be suppressed even in the case of the large-diameter preform and good hermetic coating can be carried out.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.04.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 20.02.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 6 - 4 8 7 8 0

(43) 公開日 平成6年(1994)2月22日

(51) Int. Cl. ⁵ 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所
C 0 3 C 25/02 F 7821 - 4 G
// G 0 2 B 6/44 3 0 1 B 7036 - 2 K

審査請求 未請求 請求項の数 4

(全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平 4 - 4 8 2 9 8

(22) 出願日 平成4年(1992)3月5日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 永山 勝也

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 足立 徹

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 相川 晴彦

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内

(74) 代理人 弁理士 内田 明 (外2名)

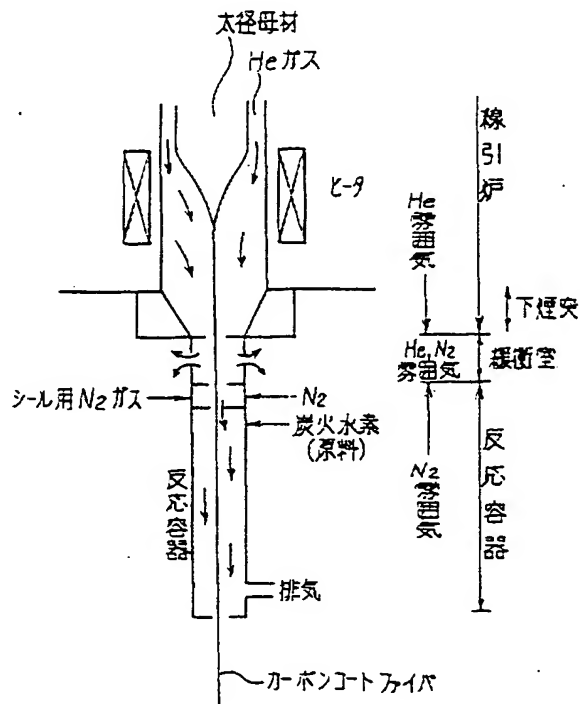
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ハーメチックコートファイバの製造方法及び装置

(57) 【要約】

【目的】 ハーメチックコートファイバの製法及び装置の改良

【構成】 太径のガラス母材を少なくとも炉出口がヘリウム雰囲気である線引炉でファイバ化し、この際の母材ネックダウン部からハーメチックコート反応管入口に至る距離を $\text{距離(m)} / \text{線引速度(m/sec)} < 0.08$ とし、且つ線引炉下部と反応管入口の間で上記ヘリウム含有雰囲気を外部に排出してハーメチックコートとする製法及び装置。ヘリウム含有雰囲気の排出には緩衝室を設けることが好ましい。太径母材でも外径変動を抑え、良好なハーメチックコートができるので、生産性向上、コストダウンが可能である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ガラス母材を線引炉において加熱軟化、ファイバ化し、その後線引炉下部に設けられた反応管内において、原料ガスを分解しファイバ表面にハーメチックコーティングするハーメチックコートファイバの製造方法において、太径のガラス母材を少なくとも炉出口がヘリウムを含む雰囲気で満たされた線引炉でファイバ化し、この際の該ガラス母材のネックダウン部分から反応管入口に至る距離(m)を

$[\text{距離(m)} / \text{線引速度(m/sec)}] < 0.08$

とし、且つ該線引炉下部と反応管入口との間で上記ヘリウムを含む雰囲気を外部に排出することを特徴とする上記製造方法。

【請求項2】 ガラス母材をファイバ化するための線引炉及び該線引炉の下部に設けられた原料を分解しファイバ表面にハーメチックコーティングするための反応管を有してなるハーメチックコートファイバの製造装置において、該線引炉は少なくとも炉出口がヘリウムを含む雰囲気で満たされるための機構を有し、該線引炉のヒーター中心から反応管入口に至る距離(m)が

$[\text{距離(m)} / \text{線引速度(m/sec)}] < 0.08$

であり、且つ該線引炉下部と該反応管の間に上記ヘリウムを含む雰囲気ガスを外部に排出するための緩衝室を有してなる上記製造装置。

【請求項3】 上記緩衝室が石英からなり、周方向に複数個のガス排出用穴又はスリットを有してなることを特徴とする請求項2記載の製造装置。

【請求項4】 上記緩衝室が上記反応管と一体に形成されてなることを特徴とする請求項2又は請求項3記載の上記製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はハーメチックコートファイバの製造方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 線引炉で紡糸直後の高温のファイバ表面に炭化水素系原料を分解したカーボン等を成膜するハーメチックコートファイバの製法は既に種々報告されている。一般にこの種技術において、この成膜反応の熱源としてファイバ自体を利用するため、ファイバの反応容器への入線温度は原料により異なるが、1200～1500℃が必要とされる。従って、反応容器を線引炉に接近させた方が有利であり、極端な場合には、線引炉と反応容器を直結した例もある。一方、一般の線引きでは、炉内のパージガスは窒素ガス、ヘリウム等の不活性ガスが用いられるが、窒素ガスの方が安価でコスト上有利である。しかし、長尺のファイバを得るために母材径を例えば30mmφ以上に太くすると、ネックダウン周辺の空間が大きくなってしまい、不均一な温度分布からの流れ乱れが生じ、線径変動が大きくなる。それを防ぐため

に、太径の母材の線引きには熱伝達効率の良いHeを用いることが望ましい。また、外気の流れの乱れによる線径変動を防ぐため、図2に示すように線引炉に下煙突と呼称される部分を設けて、ファイバを大気から隔離する技術も知られている。図2においては、窒素ガスをパージガスに用いて細径の母材を線引きし、ハーメチックコートする例が示されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、70mmφといった太径母材に対応して下煙突を長くすると、線引炉下煙突出口でファイバ温度は1500℃から1100℃へと400℃も低下し（線引き速度500m/min、下煙突長350mm、測定は放射温度計による）、続くハーメチックコートのコーティング条件を満たせない。これは熱伝達率の高いヘリウムでファイバが線引炉やその下煙突内で冷やされているためである。温度を上げるために、線引炉パージガスを窒素ガスに戻すと、ロッド内の流れの乱れにより線速変動が大きくなる。また更に下煙突を短くする方法では、ファイバが下煙突出口と反応容器入口との間で流れの不安定な外気に触れ、線接触、線形変動が大きくなる。さらに、外気に触れぬよう、線引炉と反応容器を一体化すると、線引炉のヘリウムが反応容器に流れ込んでしまい、反応容器内でもファイバ温度を下げ、ファイバの水素特性が劣るなど、良好な特性の膜を得られないでいた。このように従来法ではファイバ特性とコーティング特性を両立させることができない。本発明の課題は以上のような問題点の解決にある。

【0004】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決する本発明は、ガラス母材を線引炉において加熱軟化、ファイバ化し、その後線引炉下部に設けられた反応管内において、原料ガスを分解しファイバ表面にハーメチックコーティングするハーメチックコートファイバの製造方法において、太径のガラス母材を少なくとも炉出口がヘリウムを含む雰囲気で満たされた線引炉でファイバ化し、この際の該ガラス母材のネックダウン部分から反応管入口に至る距離(m)を

$[\text{距離(m)} / \text{線引速度(m/sec)}] < 0.08$

とし、且つ該線引炉下部と反応管入口との間で上記ヘリウムを含む雰囲気を外部に排出することを特徴とする。また、本発明はガラス母材をファイバ化するための線引炉及び該線引炉の下部に設けられた原料を分解しファイバ表面にハーメチックコーティングするための反応管を有してなるハーメチックコートファイバの製造装置において、該線引炉は少なくとも炉出口がヘリウムを含む雰囲気で満たされるための機構を有し、該線引炉のヒーター中心から反応管入口に至る距離(m)が

$[\text{距離(m)} / \text{線引速度(m/sec)}] < 0.08$

であり、且つ該線引炉下部と該反応管の間に上記ヘリウ

ムを含む雰囲気ガスを外部に排出するための緩衝室を有してなる上記製造装置を提供する。本発明における上記緩衝室としては、石英からなり、周方向に複数のガス排出用穴又はスリットを有してなるもの、あるいは上記緩衝室が上記反応管と一体に形成されてなるものを挙げることができる。

【0005】図を参照して本発明を具体的に説明する。図1は本発明の一具体例であり、母材は太径母材、下煙突は図2に示した従来法（下煙突の長さ300mm程度、ヒータ中心すなわち母材のネックダウン部分から反応管入口までの距離約600mmを用いて線速500m/minで線引き）にくらべ短尺であり、反応容器と下煙突の間にはガスの緩衝室が配置され、また線引炉のバージガスを逃がす機構を有している。本発明における線引炉内バージガスとしてはヘリウムを用いる。

【0006】

【作用】線引炉でファイバ化した母材を続いて反応管内でハーメチックコートする場合の反応管入口でのファイバ温度 T （℃）は数1の式で求められる。

【数1】

$$\frac{T - T_0}{T_1 - T_0} = e^{-\frac{4hZ}{\rho C_p d V_F}}$$

ただし上記式において、

T : 反応管入口でのファイバ温度（℃）

T_0 : 雰囲気ガス温度（℃）

T_1 : ファイバ初期温度（℃）

h : ガスとガラスの間の熱伝達率（cal/s・m²・K）

Z : ネックダウン部又は炉のヒータ中心から反応管入口距離（m）

ρ : ガラスの密度（kg/m³）

c_p : ガラスの比熱（cal/kg・K）

d : ガラス径（m）

V_F : ファイバの線引速度（m/s）

上記式から、特定組成で特定の径のガラス母材を線引きすると、反応管入口でのファイバ温度は（ hZ/V_F ）に指数関数の逆数に比例して低下する。本発明者らが種々検討、実験の結果、太い径の母材をヘリウムガス雰囲気中で線引きする際には、（ Z/V_F ）<0.08であれば、反応管入口温度を1200℃以上に保持できて、良好なハーメチックコートが可能になることを見出した。線引炉のヒータ中心から下煙突にいたる部分にはある長さ、通常250mm程度以上が構造上必要であるので、（ Z/V_F ）の下限値が必然的に存在する。

【0007】このように反応部を従来法より上流側に近づけることにより、ファイバ温度は上昇し、反応温度範囲に入る。この場合、線引炉が短くなるか、あるいは下

煙突が短くなり、線形変動が大きくなることが懸念されるが、この点については、反応管を線引炉に連続的に設けることにより、線形変動を抑えることができることも見出し、解決できた。

【0008】また、炉内ヘリウムが反応管内に入ると、原料雰囲気ガスが変化し、コーティング条件が変わってしまうことが予測される。すなわち、反応管内原料の雰囲気ガスが窒素ガスとヘリウムの場合とでは、その物性値の差から、形成されるカーボンの膜質が変化し、カーボンコートファイバ特有の特性、例えば耐疲労特性、耐水素特性を変化させる。そこで、反応管内雰囲気は比較的精度良く制御する必要があるが、炉内からの吹き込みは、量も多く、制御することは困難である。本発明では、反応管と線引炉又は線引炉下部に設けられた下煙突との間に緩衝室を設け、ここから炉内ガスを逃がせば、炉内ガスの反応管内への進入を防止することができる。さらに反応管上部にシール室を設ければ、炉内雰囲気と反応管内とを完全に分離することが可能である。緩衝室は、線引炉、又は反応室と別個のもの、または一体のものであっても、効果は全く変わらない。その材質は耐熱性のあるもの、及び不純物の混入がないか、少ないものが好ましく、種々の材質が適用できるが石英ガラスが最も好ましい。

【0009】本発明において、ハーメチックコートの原料ガスとして用いる炭化水素としては、 CH_4 、 C_2H_4 、 C_2H_2 、 C_2H_6 などが挙げられ、ハロゲンとしては Cl_2 、ハロゲンを含む炭化水素としては $CHCl_3$ 、 CH_2Cl_2 、 CCl_4 、 CH_3Cl 、 C_2H_5Cl 、 C_2HCl_3 などが好ましい。線引炉バージガスとしては、窒素ガスでは炉内に温度不均衡が生じ、対流や流れきの乱れにより外径変動を引き起こすことがあり、本発明ではヘリウムを用いる。本発明は、窒素ガスを炉内雰囲気を使用した場合外径変動が大きくなる太径母材に適用して特に有利であり、具体的には母材外径が30mmφ以上線速200m/min以上の場合、更には外径40mmφ以上の場合、特に外径60mmφ以上の場合極めて効果的である。

【0010】

【実施例】

実施例1

外径70mmφの母材を用い線速500m/minの条件にて、バージガスは表1に示すように N_2 又は He を用い、下煙突長は0.1mと0.3m、更に表1のように条件を変えてファイバにハーメチックコートした。ファイバ温度測定結果は図3に示すとおりである。また、得られたハーメチックコートファイバの特性値を表1に合せて示す。

【0011】

【表1】

10

20

30

40

例	線引炉 雰囲気 ガス	Z/V_F (s)	hZ/V_F (cal/m ² K)	煙突長 (m)	入口 温度 (°C)	外径 変動 (μm)	初期 強度 (kgf)	n 値	水素特性 $\Delta\alpha_{1.24}$ (dB/km)	膜厚 (μm)
(a)	N ₂	0.084	4.2	0.3	1550	±2	5.8	100 以上	0	450
(b)	He	0.06	7.2	0.1	1350	±0.3	6.1	100 以上	0	350
(c)	He	0.084	10.08	0.3	1100	±0.3	6.1	40	1	150

水素特性 ($\Delta\alpha_{1.24}$) : 80°C, 1 atm の H₂ 雰囲気 に 20hr 放置後の光波長 1.24 μm での伝送増
n 値 : ファイバの動疲労指数であり、n 値が高いほどファイバ強度が高い。

【0012】表1の結果から、(a)のパージガスがN₂の場合、 Z/V_F が0.084(下煙突長0.3m)であり反応管入口温度は1550℃であるが、炉内流れの乱れによる外径変動が大きい。(c)のパージガスヘリウム、 Z/V_F が0.084(下煙突長0.3m)では、入口温度が1100℃と低く、膜特性も悪い。本発明による(b)のパージガスヘリウム、 Z/V_F が0.06(下煙突長0.1m)の条件において入口温度が1

350℃あり、膜特性も良いことがわかる。

【0013】実施例2

また上記(b)のHeパージ、 Z/V_F が0.06(下煙突0.1m)の条件で、反応容器や緩衝室の有無による外径変動を測定した。

【0014】

【表2】

反 応 容 器	緩 衝 帯	線 径 変 動
無	無	$\pm 2.2 \mu\text{m}$
有	無	$\pm 1.3 \mu\text{m}$
有	有	$\pm 0.3 \mu\text{m}$

【0015】表2の結果から、本発明によれば反応容器と緩衝帯が外気の乱れの影響を遮断し、外径変動低減に有効であることがわかる。

【0016】

【発明の効果】以上説明したように、本発明では太径母材でも、炉内バージガスとしてHeを使用し、反応容器が下煙突も兼ねるため、外径変動を抑えることができ、しかもファイバ温度が高い状態で良好なカーボンコーティングができる。つまり、カーボンコーティングを太径母材でも良好に行えるので、生産性が向上し、コストダ

ウンが可能である。

【図面の簡単な説明】

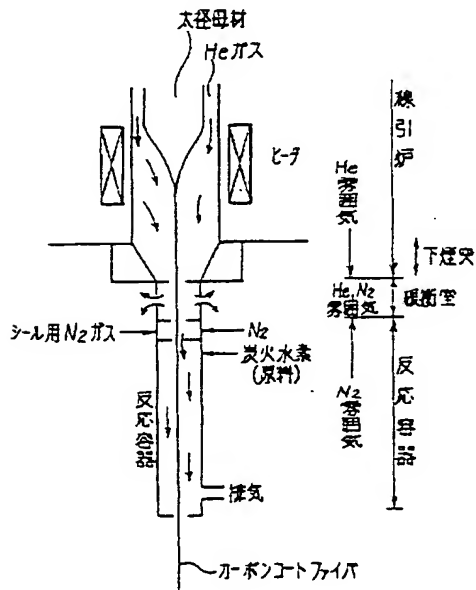
【図1】本発明の一具体例に使用した装置の概略説明図である。

【図2】従来の細径母材でのカーボンコーティング装置の概略説明図である。

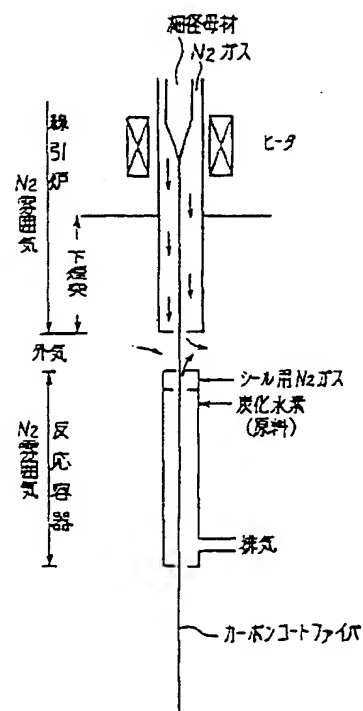
【図3】線引炉中心からの距離とファイバ温度の関係を示す図表である。

【図4】ファイバ線速と外径変動の関係を示す図表である。

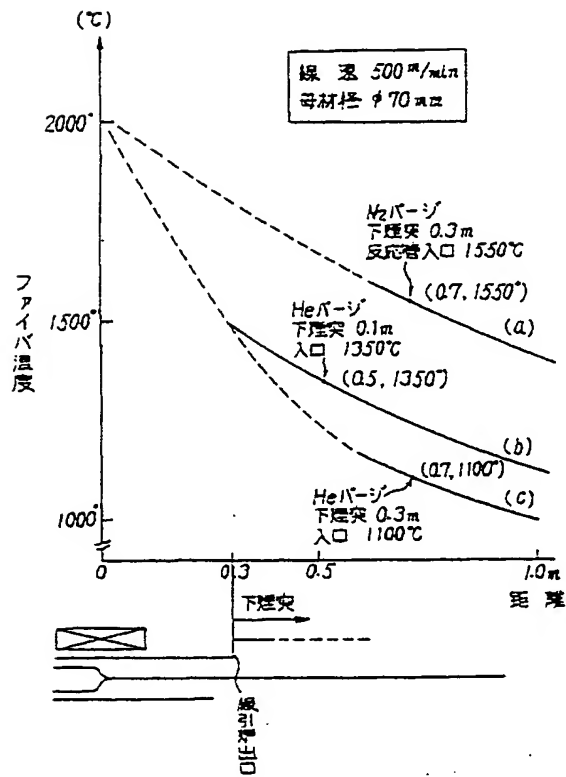
【図1】



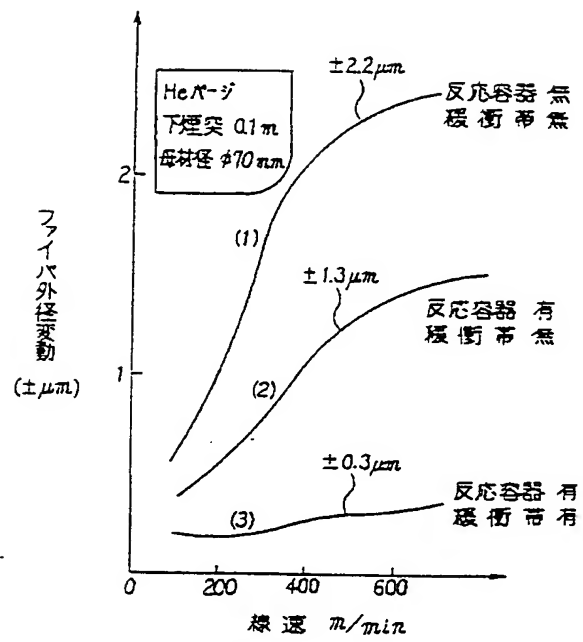
【図2】



〔図3〕



〔図4〕



フロントページの続き

(72)発明者 弾塚 俊雄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内